

DERWENT-ACC-NO: 2003-122549

DERWENT-WEEK: 200622

COPYRIGHT 2007 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Process for the direct microstructuring of materials  
uses at least one ultra-short single pulse or a pulse  
train with defined energy input into the material

INVENTOR: BOYLE, M; HERTEL, I ; KORN, G ; RAZWAN, S ; ROSENFELD, A ; THOSS, A  
; STOIAN, R

PATENT-ASSIGNEE: FORSCHUNGSVERBUND BERLIN EV[FORSN]

PRIORITY-DATA: 2001DE-1025206 (May 14, 2001)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
ES 2248488 T3	March 16, 2006	N/A	000	G02B 006/12
EP <b>1260838</b> A2	November 27, 2002	G	005	G02B 006/12
DE 10125206 A1	December 5, 2002	N/A	000	B23K 026/36
DE 10125206 B4	March 10, 2005	N/A	000	B23K 026/36
EP <b>1260838</b> B1	September 7, 2005	G	000	G02B 006/12
DE 50204149 G	October 13, 2005	N/A	000	G02B 006/12

DESIGNATED-STATES: AL AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LT LU LV MC  
MK

NL PT RO SE SI TR AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE TR

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
ES 2248488T3	N/A	2002EP-0090174	May 14, 2002
ES 2248488T3	Based on	EP <b>1260838</b>	N/A
EP 1260838A2	N/A	2002EP-0090174	May 14, 2002
DE 10125206A1	N/A	2001DE-1025206	May 14, 2001
DE 10125206B4	N/A	2001DE-1025206	May 14, 2001
EP 1260838B1	N/A	2002EP-0090174	May 14, 2002
DE 50204149G	N/A	2002DE-0504149	May 14, 2002
DE 50204149G	N/A	2002EP-0090174	May 14, 2002
DE 50204149G	Based on	EP <b>1260838</b>	N/A

INT-CL (IPC): B23K026/00, B23K026/06, B23K026/36, B23K026/40,  
C03C023/00, C04B035/52, C04B041/00, G02B006/12

ABSTRACTED-PUB-NO: EP 1260838A

**BASIC-ABSTRACT:**

**NOVELTY** - At least two temporally formed laser pulses are aimed one after the other at the surface of the material. The distance between successive pulses is set shorter or equal to pico-seconds so that the following pulse enters the modification caused by the first pulse. The energy and duration of the pulse are set as a function of the material.

**DETAILED DESCRIPTION** - Preferably the energy and duration of successive pulses are different. A wavelength depending on the material is also chosen for each single pulse.

**USE** - For direct microstructuring of materials.

**ADVANTAGE** - Cracks and strains in the material are avoided.

**CHOSEN-DRAWING:** Dwg.0/2

**TITLE-TERMS:** PROCESS DIRECT MATERIAL ONE ULTRA SHORT SINGLE PULSE  
PULSE TRAIN  
DEFINE ENERGY INPUT MATERIAL

**DERWENT-CLASS:** L02 P55 P81 V07 V08 X24

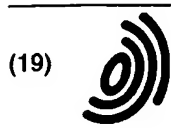
**CPI-CODES:** L02-A;

**EPI-CODES:** V07-G04; V08-A07A; V08-A08; X24-D03X;

**SECONDARY-ACC-NO:**

CPI Secondary Accession Numbers: C2003-031928

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N2003-097568



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11) **EP 1 260 838 A2**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:  
27.11.2002 Patentblatt 2002/48

(51) Int Cl.7: **G02B 6/12, C04B 35/52,  
C03C 23/00, B23K 26/00**

(21) Anmeldenummer: 02090174.0

(22) Anmeldetag: 14.05.2002

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE TR**  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
**AL LT LV MK RO SI**

- Rosenfeld, Akardi  
10409 Berlin (DE)
- Hertel, Ingolf  
14129 Berlin (DE)
- Stoian, Razwan  
10709 Berlin (DE)
- Korn, Georg  
14532 Kleinmachnow (DE)
- Thoss, Andreas  
10243 Berlin (DE)

(30) Priorität: 14.05.2001 DE 10125206

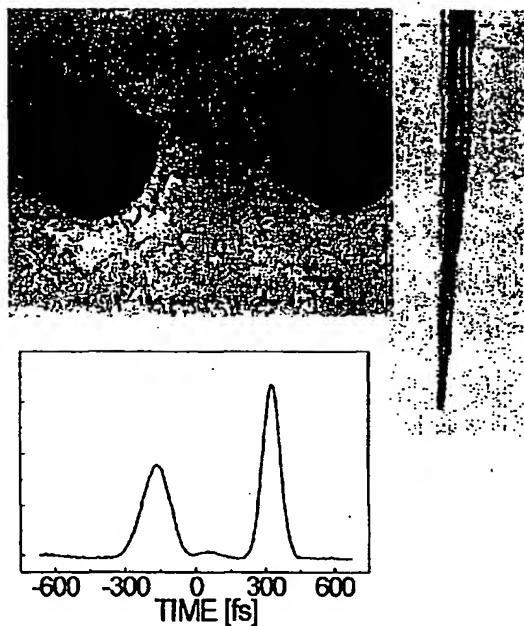
(71) Anmelder: **Forschungsverbund Berlin e.V.**  
12489 Berlin (DE)

(72) Erfinder:  
• Boyle, Mark  
10961 Berlin (DE)

(74) Vertreter: **Rudolph, Margit et al**  
**Forschungsverbund Berlin e.V.,**  
**Rudower Chaussee 17**  
**12489 Berlin (DE)**

(54) **Verfahren zur direkten Mikrostrukturierung von Materialien**

(57) Bei einem Verfahren zur direkten Mikrostrukturierung von Materialien mittels mindestens eines ultrakurzen Einzelpulses oder einer Pulsfolge mit definiertem Energieeintrag in das Material werden erfindungsgemäß zur Vermeidung von Mikrorissen und Spannungen nacheinander mindestens zwei zeitlich geformte Laserpulse oder Pulszüge auf die Oberfläche des zu bearbeitenden Materials gerichtet und wird der Abstand zweier aufeinanderfolgender Pulse oder Pulszüge kleiner oder gleich Pikosekunden eingestellt, sodass der folgende Puls noch in die bewirkte Änderung des ersten Pulses im zu bearbeitenden Material trifft, und Energie und Dauer des Pulses werden in Abhängigkeit vom zu bearbeitenden Material eingestellt.



**Fig. 2**

## Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur direkten Mikrostrukturierung von Materialien mittels mindestens eines ultrakurzen Einzelpulses oder einer Pulsfolge mit definiertem Energieeintrag in das Material.

[0002] Die direkte Mikrostrukturierung verschiedener Materialien umfasst hier sowohl bei transparenten Materialien die Modifikation des Materials, die zu einer Änderung seiner optischen Eigenschaften (z.B. Transmissionsänderung durch Brechungsindexänderung oder auch massiven Materialabtrag oder Transformation der Phase des Materials) an der bestrahlten Stelle führt, als auch bei nicht transparenten Materialien ebenfalls einen Materialabtrag bzw. eine Phasentransformation, d.h. Übergang von einer Kristallstruktur in eine andere.

[0003] Bisher sind dem Stand der Technik nach Verfahren bekannt, bei denen (beispielsweise in LaserOpto 31(3), 91-97 (1999) beschrieben) mit einem Einzelpuls oder einer Pulsfolge definierter Zahl die Modifikation an der Oberfläche bzw. bei transparenten Materialien im Innern erzeugt wird, wobei bei allen verwendeten Laserpulslängen jeweils die Pulsintensität so gewählt wird, dass die Modifikationsschwelle je Einzelpuls überschritten wird. Wie in Phys. Rev. Lett. 74, 2248-2251 (1995) berichtet wird, hängt die Modifikationsschwelle von der Dauer der verwendeten Impulse und der Wellenlänge ab.

[0004] In DE 197 11 049 ist ein Verfahren zur Herstellung von räumlichen Mikrostrukturen in transparenten Materialien mittels Laserbestrahlung beschrieben. Hierbei wird bei einer in Abhängigkeit des zu strukturierenden Materials auf der Materialoberfläche einzustellenden Größe des Fokus des Laserstrahls die Intensität des Laserimpulses unterhalb der Schwelle für die Oberflächenmodifikation und oberhalb der kritischen Intensität, bei der die Selbstfokussierung im Volumen beginnt, und die Tiefenlage der zu erzeugenden Struktur über die Impulslänge und/oder die Impulsenergie eingestellt. Das Verfahren nutzt den nichtlinearen optischen Effekt der Selbstfokussierung, wodurch im Volumen dieser Materialien Mikrostrukturen erzeugt werden. Das Verfahren ist jedoch nicht geeignet, um Strukturen im Materialinnern auf Größen unter 2 µm zu begrenzen, da aufgrund der Fokussierungsbedingungen bei der Mikrostrukturierung mit Hilfe der Selbstfokussierung der Energieeintrag in das Material oberhalb der Strukturierungsschwelle liegt und nur Einzelpulse benutzt werden.

[0005] Wird zur Veränderung des Materials eine Pulsfolge verwendet, so beträgt der Abstand der aufeinanderfolgenden Pulse minimal einige Nanosekunden, wie beispielsweise in CLEO 2000 Technical Digest, CWT4, 375-376 (2000) und ebenda, CFD3, 580 (2000) berichtet, in der Regel jedoch einige Zehntel Millisekunden bis einige Millisekunden, was abhängig ist von der Folgefrequenz des verwendeten Lasersystems.

[0006] Für Materialveränderungen im Mikrometerbe-

reich werden aufgrund des geringen Energieeintrags Laserpulse mit einer Dauer von einigen Zehn Pikosekunden bzw. Sub-Pikosekunden, wie in der bereits erwähnten Veröffentlichung Phys. Rev. Lett. 74, 2248-2251 (1995) berichtet, verwendet.

[0007] Bei den dem Stand der Technik nach bekannten Lösungen zur direkten Mikrostrukturierung von Materialien treten Mikrorisse und Spannungen auf, die die Qualität der gewünschten Strukturierung vermindern.

[0008] Es ist deshalb Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zur direkten Mikrostrukturierung von Materialien anzugeben, bei dem die genannten Nachteile vermieden werden.

[0009] Die Aufgabe wird durch ein Verfahren der eingangs genannten Art dadurch gelöst, dass erfindungsgemäß nacheinander mindestens zwei zeitlich geformte Laserpulse oder Pulszüge auf die Oberfläche des zu bearbeitenden Materials gerichtet werden und der Abstand zweier aufeinanderfolgender Pulse oder Pulszüge kleiner oder gleich Pikosekunden eingestellt wird, so dass der folgende Puls noch in die bewirkte Änderung des ersten Pulses im zu bearbeitenden Material trifft, und Energie und Dauer des Pulses in Abhängigkeit vom zu bearbeitenden Material eingestellt werden.

[0010] Das erfindungsgemäße Verfahren, bei dem die in das zu bearbeitende Material eingespeiste Energie auf mehrere Pulse verteilt wird, ermöglicht die Einflussnahme auf die in sehr kurzer Zeit ablaufenden Primärprozesse, indem die relative Intensität und die Pulsdauer der einzelnen aufeinanderfolgenden Pulse und ihr zeitlicher Abstand zueinander variiert wird. Damit ist die Ausnutzung der primären Prozesse möglich, die in jedem Material nach Einwirkung eines intensiven Laserpulses ablaufen. Unter diesen Laserpulsen versteht man z.B. die Anregung einer großen Anzahl von Elektronen aus dem Valenz- ins Leitungsband bei transparenten Materialien (wie beispielsweise in Nucl. Instr. Phys. Res. B 116, 43-48 (1996) beschrieben), sodass der Zustand des transparenten Materials metallähnlich wird. In diesem metallähnlichen Zustand wird das ansonsten transparente, spröde und brüchige Material für sehr kurze Zeit (für die Dauer von Sub-Pikosekunden) duktil, d.h. es wird zäh wie ein Metall. Nun lässt sich das Material mit einem nachfolgenden Laserpuls passender Dauer und Intensität so bearbeiten, dass Risse und Spannungen im Material vermieden werden. Sind die Primärprozesse, hervorgerufen durch den ersten Laserpuls, abgeklungen, kehrt das Material in seinen ursprünglichen Zustand zurück, es ist aber nun an der bestrahlten Stelle in gewünschter Weise modifiziert. Spannungen und Risse, wie sie bei einzelnen Laserpulsen oder Laserpulszügen mit Nanosekunden- oder grösserem Abstand aufgrund der Materialsprödigkeit auftreten, werden in dem erfindungsgemäßen Verfahren vermieden.

[0011] In einer erfindungsgemäßen Ausführungsform liegt die Energie jedes Einzelpulses unterhalb der Mikrostrukturierungsschwelle (das ist die minimale Ener-

gie, bei der eine Veränderung des Materials - wie eingangs beschrieben - eintritt) und nur die Summe aller Pulse über dieser, sodass ein sehr schonender Energieeintrag in das zu bearbeitende Material erfolgt, wodurch - wie bereits erwähnt - das Auftreten von Spannungen und Rissen minimiert wird. Die Voraussetzung hierfür ist, dass jeweils der nachfolgende Puls von dem vorangegangenen Puls noch etwas "merkt". Das ist nur auf einer Sub-Pikosekunden- oder Pikosekunden-Zeitskala der Fall.

[0012] Aufgrund der kurzen Impulsdauern und der kleinen Zeitabstände zwischen den einzelnen Pulsen im erfindungsgemäßen Verfahren ist eine Anregung in sehr kurzlebige instabile Zwischenzustände möglich. Trifft nun ein nachfolgender Puls genau in diesen Zustand, kann durch dessen Anregung ein neuer Zustand erreicht werden, der auf direktem Wege (mit nur einem Laserpuls) nicht ansteuerbar ist.

[0013] In einer Ausführungsform der Erfindung ist vorgesehen, Energie und Dauer der aufeinanderfolgenden zeitlich geformten Pulse unterschiedlich einzustellen und damit spezifische Bedingungen für unterschiedliche Materialien zu ermöglichen.

[0014] Eine andere Ausführungsform sieht vor, zusätzlich für jeden Einzelpuls eine in Abhängigkeit des zu bearbeitenden Materials beliebige Wellenlänge einzustellen.

[0015] Für die Mikrostrukturierung von Quarzglas werden zwei Laserpulse auf die Oberfläche des zu bearbeitenden Materials fokussiert, deren Pulsabstand 0,6 ps und deren Pulsdauer jeweils 0,2 ps beträgt.

[0016] Für die Mikrostrukturierung von Graphit werden in einer weiteren Ausführungsform mindestens zwei Laserpulse verwendet, deren Impulslänge kleiner als 0,2 ps und deren Abstand geringer oder gleich 2 ps ist, wobei eine Phasentransformation der Graphitstruktur in eine Diamantstruktur erzeugt wird.

[0017] In dem erfindungsgemäßen Verfahren können die ultrakurzen Laserpulse, deren Abstand zweier aufeinanderfolgender Pulse kleiner oder gleich Pikosekunden eingestellt wird, mittels der pulsformenden Methode in einem Kurzpuls-Laser, vorzugsweise einem CPA(chirped pulse amplification)-Lasersystem (z.B. in OPTICS LETTERS, Vol. 23, No. 20, October 15, 1998, 1612-1614 beschrieben), erzeugt werden, wie in einer anderen Ausführungsform vorgesehen.

[0018] Im Ergebnis des erfindungsgemäßen Verfahrens zur direkten Mikrostrukturierung von Materialien können diese Änderungen permanent oder auch nicht permanent sein. Das erfindungsgemäße Verfahren erfordert keine (chemische) Nachbearbeitung der erzielten Strukturänderung.

[0019] Weitere Ausführungsformen der Erfindung sind in den Unteransprüchen und in dem folgenden Ausführungsbeispiel angegeben, das anhand von Figuren näher erläutert wird.

[0020] Figur 1 zeigt in einer Mikroskopaufnahme das Ergebnis einer Modifikation von Quarzglas in der Drauf-

sicht und Seitenansicht mit einem Einzelpuls, dessen Verlauf darunter dargestellt ist, Figur 2 zeigt in einer Mikroskopaufnahme die entsprechenden Ansichten der Modifikation mittels eines Doppelpulses.

[0021] Für die Modifikation einer Quarzglasscheibe gemäß dem Stand der Technik wird diese mit einem Puls eines Ti-Saphir-Lasers bestrahlt, der eine Grundwellenlänge von 800 nm aufweist. Die Pulsdauer dieses Einzelpulses beträgt 0,2 ps, seine Intensität beträgt ca. 80 J/cm<sup>2</sup>. Erkennbar ist in der Seitenansicht in Fig. 1 eine Filamentierung des Kanals. Diese wird bei der Modifikation mit einem Doppelpuls gemäß dem erfindungsgemäßen Verfahren mit dem o.g. Lasers, dessen Impulslänge, Phase und Amplitude variierbar ist, vermieden. Das Ergebnis ist in Figur 2 erkennbar. Die beiden Pulse werden mit einem Abstand von ca. 0,6 ps auf die Quarzglasscheibe gerichtet. Die Gesamtenergie ist die gleiche wie zur Fig. 1 angegeben. Auf der linken Seite der Mikroskopaufnahme in Fig. 1 sind Risse im Material zu erkennen, diese treten nicht mehr auf bei einer Mikrostrukturierung mit einem Doppelpuls.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur direkten Mikrostrukturierung von Materialien mittels mindestens eines ultrakurzen Einzelpulses oder einer Pulsfolge mit definiertem Energieeintrag in das Material,  
**dadurch gekennzeichnet, dass**  
nacheinander mindestens zwei zeitlich geformte Laserpulse oder Pulszüge auf die Oberfläche des zu bearbeitenden Materials gerichtet werden und der Abstand zweier aufeinanderfolgender Pulse oder Pulszüge kleiner oder gleich Pikosekunden eingestellt wird, sodass der folgende Puls noch in die bewirkte Änderung des ersten Pulses im zu bearbeitenden Material trifft,  
und Energie und Dauer des Pulses in Abhängigkeit vom zu bearbeitenden Material eingestellt werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1,  
**dadurch gekennzeichnet, dass**  
Energie und Dauer der aufeinanderfolgenden zeitlich geformten Pulse unterschiedlich eingestellt werden.
3. Verfahren nach Anspruch 1,  
**dadurch gekennzeichnet, dass**  
zusätzlich für jeden Einzelpuls eine in Abhängigkeit des zu bearbeitenden Materials beliebige Wellenlänge eingestellt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1,  
**dadurch gekennzeichnet, dass**  
die Energie jedes Einzelpulses unterhalb der Mikrostrukturierungsschwelle und die Summe aller Pulse über dieser liegt.

5. Verfahren nach Anspruch 1,  
**dadurch gekennzeichnet, dass**  
die ultrakurzen zeitlich geformten Laserpulse, deren Abstand zweier aufeinanderfolgender Pulse kleiner oder gleich Picosekunden eingestellt wird, mittels der pulsformenden Methode in einem Kurzpulslaser, vorzugsweise einem CPA(chirped pulse amplification)-Lasersystem, erzeugt werden. 5
6. Verfahren nach Anspruch 1, 10  
**dadurch gekennzeichnet, dass**  
für die Mikrostrukturierung von Quarzglas zwei Laserpulse auf die Oberfläche fokussiert werden, deren Pulsabstand 0,6 ps und deren Pulsdauer jeweils 0,2 ps beträgt. 15
7. Verfahren nach Anspruch 1,  
**dadurch gekennzeichnet, dass**  
für die Mikrostrukturierung von Graphit mindestens zwei Laserpulse verwendet werden, deren Impuls- 20  
länge kleiner als 0,2 ps und deren Abstand geringer oder gleich 2 ps ist, wobei eine Phasentransformation der Graphitstruktur in eine Diamantstruktur erzeugt wird. 25

25

30

35

40

45

50

55

BEST AVAILABLE COPY

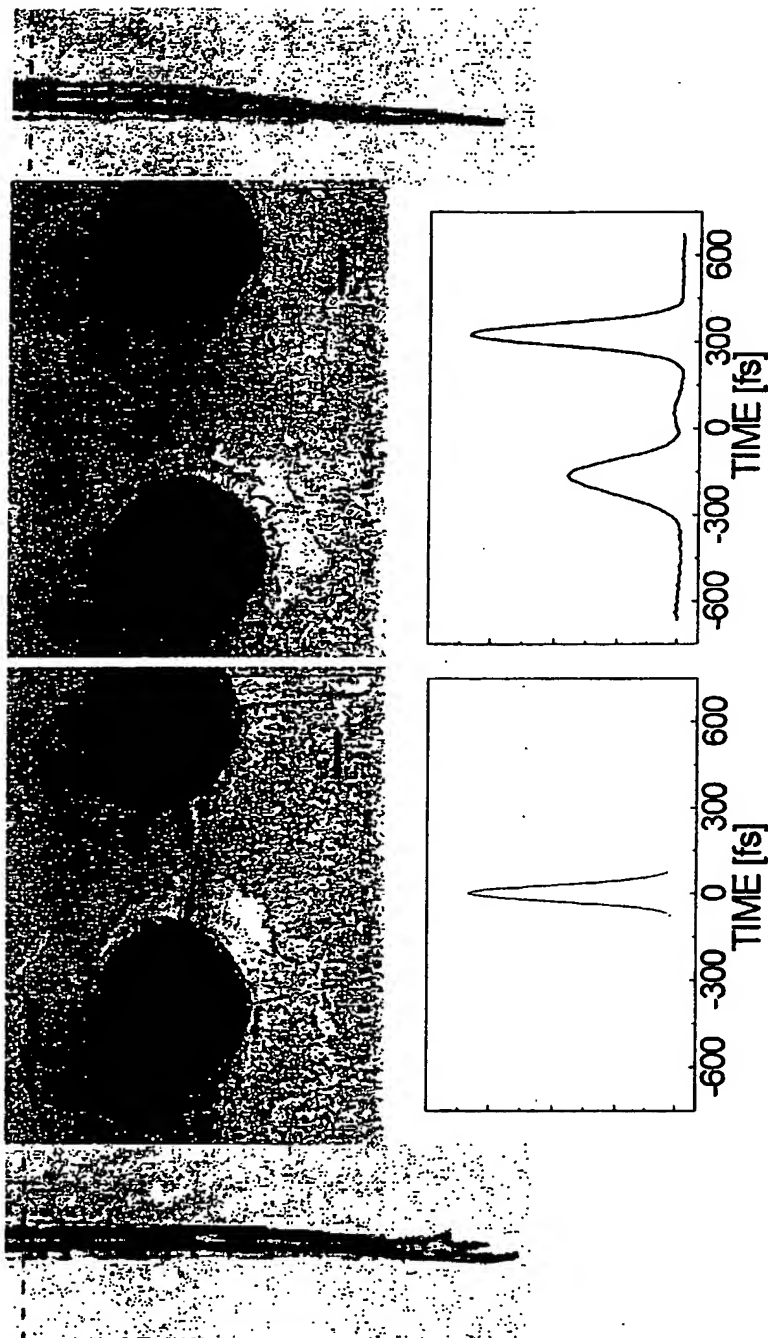


Fig. 2

Fig. 1